

#2

10/511358



REQU 15 AVR. 2003	
OMPI	PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 16 118.6

Anmeldetag: 12. April 2002

Anmelder/Inhaber: Clariant GmbH, Frankfurt am Main/DE

Bezeichnung: Verwendung von Metalloceenwachsen in Pulverlacken

IPC: C 09 D 5/46

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 10. März 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Joost

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1 (a) OR (b)

Beschreibung

5 Verwendung von Metallocenwachsen in Pulverlacken

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von mittels Metallocenkatalysatoren synthetisierten Polyolefinwachsen als Additiv in Pulverlacken sowie ein Verfahren zur Erzeugung von pigmentierten Pulverlacken.

10

Die Herstellung von Pulverlacken durch Extrusion in gleichläufigen Zweisechnecken-Extrudern oder Einschnecken-Knetern ist allgemein bekannt. Pulverlacke setzen sich zusammen aus

- 15 - Bindemittel, wie z.B. Polyesterharzen welche vernetzt werden z.B. mit Epoxiden, Triglycidylisocyanurat (TGIC), β -Hydroxyalkylamin oder verkappten Isocyanaten (Urethdione).
- 20 - Pigmenten und Füllstoffen, sofern es sich nicht um Klarlacke handelt. Die Pigmente müssen entsprechend hohe Thermostabilität aufweisen. Beispiele hierfür sind Phthalocyanine, Chinacridone, Azo-Pigmente, Perylen- und Perinon-Pigmente, Benzimidazol-Pigmente, Anthrachinon-Pigmente, Isoindolinon- und Isoindolin-Pigmente, Anthanthron-Pigmente, Dioxazin-Pigmente, Chinophthalon-Pigmente, Diketo-pyrrolo-pyrrol-Pigmente
- 25 - Additiven, wie z.B. Entgasungsmittel, Mattierungsmittel, Antioxidantien, Tribo-Additive, Verlaufsmittel, Wachse zur Verbesserung der Kratzfestigkeit.

30 Bei der Herstellung von Pulverlacken nach dem bekannten Stand der Technik werden Wachse als Additive eingesetzt, um folgende Effekte zu erreichen:

- Verbesserung der Mahlbarkeit
- Verhinderung von Ablagerungen in Spritzapparaten und deren Schlauchleitungen
- Verbesserung der Kratzfestigkeit

- Verbesserung der Abriebfestigkeit
 - Verbesserung der Dispergierhärte der Pigmentkomponente
 - Orientierung der Pigmentteilchen bei Effektpigmenten
 - Verbesserung der Farbstärke
- 5
- Erzielung von Mattiereffekten
 - Verbesserung des „Griffs“ („Soft feeling“)
 - Verbesserung des Gleitverhaltens
 - Verbesserung des Metallmarkings
 - Verbesserung der Einarbeitbarkeit von Effektpigmenten
- 10
- Beeinflussung der rheologischen Eigenschaften
 - Verbesserung der Blockfestigkeit
 - Erleichterung der Entgasung bei der Extrudierung
 - Erhöhung des Durchsatzes bei der Extrudierung
- 15
- Bei der Herstellung des Pulverlacks werden alle Bestandteile zunächst in einem Mischer vorgemischt, anschließend in einem Extruder oder Knetter bei 80 bis 130°C homogenisiert und schließlich durch Mahlung und Sichtung auf die endgültige Kornfeinheit gebracht. Bei der Herstellung von pigmentierten Systemen kommt es vor allem darauf an, Pigment-Agglomerate möglichst feinteilig zu zerteilen und
- 20
- Pigment-Aggregate möglichst homogen zu verteilen um die optimale Farbstärke zu erhalten. Heute geschieht dies durch die Einbringung von mechanischer Energie über die Schneckenkonfiguration der eingesetzten Extruder oder Knetter ohne Verwendung eines Dispergierhilfsmittels.
- 25
- Bei den in einer Konzentration von 0,01-10 Gew.-%, bezogen auf die Pulverlackmasse, verwendeten Wachsadditiven handelt es sich üblicherweise um Polyolefin-, PTFE-, Amidwachse, FT-Paraffine, Montanwachse, natürliche Wachse, makro- und mikrokristalline Paraffine, Sorbitanester und Metalloccenwachse.
- 30
- Geeignete Polyolefinwachse sind in erster Linie Polyethylen- und Polypropylenwachse. Diese können durch thermischen Abbau hochpolymerer Polyolefin-Kunststoffe oder durch direkte Polymerisation entsprechender Monomere hergestellt werden. Als Polymerisationsverfahren kommen u.a. Hochdrucktechnologien in Frage, wobei z.B. Ethylen bei hohen Drucken und Temperaturen radikalisch zu

Wachsen umgesetzt wird, daneben Niederdruck- bzw. Zieglerverfahren, bei denen das Olefin mit Hilfe metallorganischer Katalysatoren bei vergleichsweise geringen Drucken und Temperaturen polymerisiert wird. Das Niederdruckverfahren gestattet neben der Herstellung einheitlich aufgebauter Homopolymerwachse die Synthese von Copolymeren durch gemeinsame Polymerisation von zwei oder mehr Olefinen.

Als Variante des Niederdruckverfahrens ist in neuerer Zeit eine Arbeitsweise bekanntgeworden, bei der als metallorganische Katalysatoren Metallocenverbindungen Verwendung finden. Letztere enthalten Titan-, Zirkonium- oder Hafniumatome als aktive Spezies und werden in der Regel in Kombination mit Cokatalysatoren, z.B. Organoaluminium- oder Borverbindungen, bevorzugt Aluminoxanverbindungen, eingesetzt. Die Polymerisation erfolgt bei Bedarf in Gegenwart von Wasserstoff als Molmassenregler. Metallocenverfahren zeichnen sich dadurch aus, daß im Vergleich zur älteren Zieglertechnologie Wachse mit engerer Molmassenverteilung, gleichmäßigerem Comonomereinbau, niedrigeren Schmelzpunkten und höheren Katalysatoraubeuten erhalten werden können. Entsprechende, mit Metallocenkatalysatoren arbeitende Polymerisationsverfahren zur Herstellung von Polyolefinwachsen sind z.B. in EP-A-0 571 882 beschrieben.

In EP-A-0 890 619 wird die Verwendung von Metallocen-Polyolefinwachsen in Druckfarben und Lacken beschrieben. Auf Pulverlacke mit ihren spezifischen Anforderungen bezüglich der Additivierung mit Wachsen wird dort nicht eingegangen.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, die anwendungstechnischen Eigenschaften von Pulverlacken durch Verwendung eines geeigneten Dispergiermittels zu verbessern.

Es wurde nun gefunden, daß sich Polyolefinwachse, die mit Hilfe von Metallocenkatalysatoren hergestellt wurden, in besonders vorteilhafter Weise für die Verwendung als Additive in Pulverlacken eignen. Insbesondere zeigen Metallocen-Polyolefinwachse verbesserte Wirksamkeit bezüglich Extrudiereigenschaften, Mattierungswirkung, Gleitverhalten, Filmhärte, Abriebfestigkeit und Dispergierhärte.

Gegenstand der Erfindung ist daher die Verwendung von mittels Metallocenkatalysatoren synthetisierten Polyolefinwachsen als Additiv in Pulverlacken.

- 5 Bevorzugt ist das Polyolefinwachs aus Olefinen mit 3 bis 6 C-Atomen oder aus Styrol abgeleitet.

- 10 Grundsätzlich kommen als Polyolefinwachse Homopolymerisate des Ethylens, des Propylens, Copolymerisate aus Ethylen und Propylen oder Copolymerisate des Ethylens oder Propylens mit einem oder mehreren 1-Olefinen in Frage. Als 1-Olefine werden lineare oder verzweigte Olefine mit 3-18 C-Atomen, vorzugsweise 3-6 C-Atomen, verwendet. Die 1-Olefine können auch eine aromatische Substitution tragen.

- 15 Beispiele für geeignete 1-Olefine neben Ethylen und Propylen sind 1-Buten, 1-Hexen, 1-Octen oder 1-Octadecen, weiterhin Styrol. Besonders bevorzugt sind Homopolymere des Ethylens oder Propylens oder Copolymere des Ethylens mit Propylen oder 1-Buten. Handelt es sich um Copolymere, so bestehen diese vorzugsweise zu 70-99,9, insbesondere zu 80-99 Gew.-% aus Ethylen.

- 20 Die erfindungsgemäß eingesetzten Polyolefinwachse können sowohl durch direkte Polymerisation mit Metallocenkatalysatoren als auch durch thermischen Abbau von mit Metallocenkatalysatoren hergestellten Polyolefinkunststoffen mit vorstehender Zusammensetzung hergestellt werden.

- 25 Besonders bevorzugt eingesetzt werden Polyolefinwachse mit einem Tropfpunkt zwischen 70 und 165°C, insbesondere zwischen 100 und 160°C, einer Schmelzviskosität bei 140°C (Polyethylenwachse) bzw. bei 170°C (Polypropylenwachse) zwischen 10 und 10000 mPas, insbesondere zwischen 50 und 5000 mPas, und einer Dichte bei 20°C zwischen 0,85 und 0,98 g/cm³.
30 Bevorzugte Polyolefinwachse weisen eine Molekulargewichtsverteilung $M_w/M_n < 5$ auf.

Metallocenkatalysatoren zur Herstellung der Polyolefinwachse oder der für den

thermischen Abbau eingesetzten Polyolefinkunststoffe sind chirale oder nichtchirale Übergangsmetallverbindungen der Formel M^1L_x . Die Übergangsmetallverbindung M^1L_x enthält mindestens ein Metallzentralatom M^1 , an das mindestens ein π -Ligand, z.B. ein Cyclopentadienylligand gebunden ist. Darüber hinaus können Substituenten, wie z.B. Halogen-, Alkyl-, Alkoxy- oder Arylgruppen an das Metallzentralatom M^1 gebunden sein. M^1 ist bevorzugt ein Element der III., IV., V. oder VI. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente, wie Ti, Zr oder Hf. Unter Cyclopentadienylligand sind unsubstituierte Cyclopentadienylreste und substituierte Cyclopentadienylreste wie Methylcyclopentadienyl-, Indenyl-, 2-Methylindenyl-, 2-Methyl-4-phenylindenyl-, Tetrahydroindenyl- oder Octahydrofluorenylreste zu verstehen. Die π -Liganden können verbrückt oder unverbrückt sein, wobei einfache und mehrfache Verbrückungen - auch über Ringsysteme - möglich sind. Die Bezeichnung Metallocen umfaßt auch Verbindungen mit mehr als einem Metallocenfragment, sogenannte mehrkernige Metallocene. Diese können beliebige Substitutionsmuster und Verbrückungsvarianten aufweisen. Die einzelnen Metallocenfragmente solcher mehrkernigen Metallocene können sowohl gleichartig als auch voneinander verschieden sein (EP-A-0 632 063).

Allgemeine Strukturformeln von Metallocenen sowie deren Verwendung zur Herstellung von Polyolefinwachsen sind beispielsweise in EP-A-0 571 882 gegeben.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Polyolefinwachse können sowohl als solche oder in polar modifizierter Form verwendet werden. Eine polare Modifizierung läßt sich beispielsweise durch Oxidation mit Luft oder sauerstoffhaltigen Gasen oder durch Aufpfropfung von z.B. ungesättigten Carbonsäuren wie etwa Maleinsäure erreichen. Beispiele für die oxidative Modifizierung finden sich in EP-A-0 890 583, Beispiele für die Modifizierung mit ungesättigten Carbonsäuren in EP-A-0 941 257.

Die erfindungsgemäßen Polyolefinwachse können sowohl in reiner Form als auch in Abmischung mit weiteren, nicht mit Metallocenkatalysatoren hergestellten Wachskomponenten in einem Anteil von 1-50 Gew.-% eingesetzt werden. Die Abmischung kann in der Schmelze oder durch Mischen der Komponenten in fester Form erfolgen. Folgende Abmischungskomponenten kommen in Frage:

- a) Polyethylenglykol
- b) PE-Wachse,
- c) PTFE-Wachse,
- 5 d) PP-Wachse,
- e) Amidwachse,
- f) FT-Paraffine,
- g) Montanwachse,
- h) natürliche Wachse,
- 10 i) makro- und mikrokristalline Paraffine,
- j) polare Polyolefinwachse, oder
- k) Sorbitanester
- l) Polyamide,
- m) Polyolefine,
- 15 n) PTFE,
- o) Netzmittel,
- p) Silikate.

Bei Zusatzstoff a) handelt es sich um Polyethylenglykol, Molekulargewichtsbereich
 20 vorzugsweise 10 bis 50000 Dalton, insbesondere 20 bis 35000 Dalton. Das
 Polyethylenglykol kann in Mengen von bevorzugt bis zu 5 Gew.-% der
 metallocenwachshaltigen Zusammensetzung zugemischt werden.

Bei Zusatzstoff b) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um
 25 Polyethylen-Homo- und Copolymerwachse, die nicht mittels Metallocenkatalyse
 hergestellt wurden, und die ein zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000
 g/mol bei einem Tropfpunkt zwischen 80 und 140 °C aufweisen.

Bei Zusatzstoff c) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um
 30 Polytetrafluoroethylen mit einem Molekulargewicht zwischen 30.000 und 2.000.000
 g/mol, insbesondere zwischen 100.000 und 1.000.000 g/mol.

Bei Zusatzstoff d) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um
 Polypropylen-Homo- und Copolymerwachse, die nicht mittels Metallocenkatalyse

hergestellt wurden, und die ein zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol bei einem Tropfpunkt zwischen 80 und 160 °C aufweisen.

- Bei Zusatzstoff e) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um
- 5 Amidwachse, herstellbar durch Umsetzung von Ammoniak oder Ethylendiamin mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren. Bei den Fettsäuren handelt es sich zum Beispiel um Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.

- Bei Zusatzstoff f) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um FT-
- 10 Paraffine mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von 400 bis 800 g/mol bei einem Tropfpunkt von 80 bis 125 °C.

- Bei Zusatzstoff g) handelt es sich vorzugsweise um Montanwachse einschließlich Säure- und Esterwachsen mit einer Kohlenstoffkettenlänge der Carbonsäure von C₂₂
- 15 bis C₃₆.

- Bei den Esterwachsen handelt es sich vorzugsweise um Umsetzungsprodukte der Montansäuren mit ein oder mehrwertigen Alkoholen mit 2 bis 6 C-Atomen, wie zum Beispiel Ethandiol, Butan-1,3-diol oder Propan-1,2,3-triol.

- 20 Bei Zusatzstoff h) handelt es sich in einer bevorzugten Ausführungsform um Carnaubawachs oder Candelillawachs.

- Bei Zusatzstoff i) handelt es sich um Paraffine und mikrokristalline Wachse, welche
- 25 bei der Erdölraffination anfallen. Die Tropfpunkte solcher Paraffine liegen vorzugsweise zwischen 45 und 65°C, die solcher mikrokristallinen Wachse vorzugsweise zwischen 73 und 100°C.

- Bei Zusatzstoff j) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um polare
- 30 Polyolefinwachse, herstellbar durch Oxidation von Ethylen- oder Propylen-Homopolymer- und -Copolymerwachsen oder deren Pfropfung mit Maleinsäureanhydrid. Besonders bevorzugt wird hierfür von Polyolefinwachse mit einem Tropfpunkt zwischen 90 und 165°C, insbesondere zwischen 100 und 160°C, einer Schmelzviskosität bei 140°C (Polyethylenwachse) bzw. bei 170°C

(Polypropylenwachse) zwischen 10 und 10000 mPas, insbesondere zwischen 50 und 5000 mPas und einer Dichte bei 20°C zwischen 0,85 und 0,96 g/cm³ ausgegangen.

- 5 Bei Zusatzstoff k) handelt es sich in bevorzugten Ausführungsformen um Umsetzungsprodukte von Sorbit (Sorbitol) mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren und/oder Montansäuren. Bei den Fettsäuren handelt es sich zum Beispiel um Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.
- 10 Bei Zusatzstoff l) handelt es sich um vorzugsweise gemahlene Polyamide, beispielsweise Polyamid-6, Polyamid-6,6 oder Polyamid-12. Die Partikelgrösse der Polyamide liegt vorzugsweise im Bereich von 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm.
- 15 Bei Zusatzstoff m) handelt es sich um Polyolefine, also beispielsweise Polypropylen, Polyethylen oder Copolymere aus Propylen und Ethylen hoher oder niedriger Dichte mit Molgewichten von vorzugsweise 10.000 bis 1.000.000 D, insbesondere 15.000 bis 500.000 D als Zahlenmittel für das Molekulargewicht, deren Partikelgrösse durch Mahlung im Bereich von vorzugsweise 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm liegt.
- 20 Bei Zusatzstoff n) handelt es sich um thermoplastisches PTFE mit einem Molgewicht von vorzugsweise 500.000 – 10.000.000 D, insbesondere 500.000 – 2.000.000 D als Zahlenmittel, dessen Partikelgrösse durch Mahlung im Bereich von vorzugsweise 5-200 µm, insbesondere 10-100 µm liegt.
- 25 Bei Zusatzstoff o) handelt es sich um amphiphile Verbindungen, welche im Allgemeinen die Oberflächenspannung von Flüssigkeiten senken. Bei den Netzmitteln handelt es sich zum Beispiel um Alkylethoxylate, Fettalkoholethoxolate, Alkylbenzolsulfonate oder Betaine.
- 30 Bei Zusatzstoff p) handelt es sich um Silikate, welche nicht als Füllstoff oder Pigment in den Rezepturen eingesetzt werden. Bevorzugt werden Kieselsäuren oder Talkum eingesetzt.

Das Mischungsverhältnis von Bestandteil a) zu den Bestandteilen b) bis p) kann im

Bereich von 1 bis 50 Gew.-% a) zu 1 bis 50 Gew.-% b) bis p) variiert werden. Wird eine Mischung aus mehreren der Bestandteile b) bis p) verwendet, so gilt die Mengenangabe für die Summe aus den Mengen dieser Bestandteile.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Wachse in mikronisierter Form für den erfindungsgemäßen Zweck verwendet. Insbesondere bevorzugt ist die Verwendung von Polyolefinwachs und gegebenenfalls zugemischten Hilfs- und Zusatzstoffen als Ultra-Feinstpulver mit einer Partikelgrößenverteilung $d_{90} < 40 \mu\text{m}$.
- 10 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Pulverlacken aus Bindemitteln, Pigmenten und Füllstoffen sowie üblichen Hilfsmitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Additiv gemäß der vorliegenden Erfindung zusetzt.

15 Beispiele

Tabelle 1: Rohstoffe

Produkt	Säurezahl	Tropfpunkt	Viskosität
Metallocen-PE-Wachs 1)	0 mg KOH/g	124°C	250 mPas (140°C)
Metallocen-PP-Wachs 2)	0 mg KOH/g	135°C	40 mPas (170°C)
oxidiertes Metallocen-PE-Wachs 3)	20 mg KOH/g	114°C	200 mPas (120°C)
Ziegler-PE-Wachs	0 mg KOH/g	125°C	300 mPas (140°C)
Ziegler-PP-Wachs	0 mg KOH/g	160°C*	1500 mPas (170°C)
oxidiertes PE-Wachs	20 mg KOH/g	114°C	200 mPas (120°C)
Amidwachs	6 mg KOH/g	140°C	10 mPas (150°C)
Montanwachs 1	17 mg KOH/g	82°C	30 mPas (100°C)
Montanwachs 2	14 mg KOH/g	100°C	300 mPas (120°C)
PTFE-Wachs	-	-	-
Carnaubawachs	9 mg KOH/g	82°C	30 mPas (90°C)
FT-Paraffin	0 mg KOH/g	110°C	15 mPas (120°C)

- 1) Herstellung entsprechend EP-A-0 571 882
- 2) Herstellung entsprechend EP-A-0 890 584
- 3) Herstellung entsprechend EP-A-0 890 583
- *) Erweichungspunkt Ring/Kugel

5

Tabelle 2: geprüfte Muster

M = erfindungsgemäßes Beispiel

V = Vergleichsbeispiel

10 alle Muster wurden auf DV₅₀ ca. 8 µm mikronisiert.

Kurzbezeichnung	Wachs 1	Wachs 2	Wachs 3	Mischungsverhältnis
M1	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	Carnaubawachs		1:1
V1	oxidiertes PE-Wachs	Carnaubawachs		1:1
M2	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs		7:3
V2	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs		7:3
M3	Metallocen-PE-Wachs	Amidwachs		1:1
V3	PE-Wachs	Amidwachs		1:1
M4	Metallocen-PE-Wachs	PTFE-Wachs		9:1
V4	PE-Wachs	PTFE-Wachs		9:1
M5	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	PTFE-Wachs	12:7:1
V5	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	PTFE-Wachs	12:7:1

M6	Metallocen-PP-Wachs	Amidwachs		1:1
V6	PP-Wachs	Amidwachs		1:1
M7	Metallocen-PP-Wachs	Amidwachs		5:1
V7	PP-Wachs	Amidwachs		5:1
M8	Metallocen-PP-Wachs	Metallocen-PE-Wachs		1:1
V8	PP-Wachs	PE-Wachs		1:1
M9	Metallocen-PP-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs		1:1
V9	PP-Wachs	oxidiertes PE-Wachs		1:1
M10	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	Montanwachs 1	Montanwachs 2	2:1:1
V10	oxidiertes PE-Wachs	Montanwachs 1	Montanwachs 2	2:1:1
M11	Metallocen-PE-Wachs	oxidiertes Metallocen-PE-Wachs	Sorbitantristearat	1:1:1
V11	PE-Wachs	oxidiertes PE-Wachs	Sorbitantristearat	1:1:1
M12	Metallocen-PE-Wachs	FT-Paraffin		5:1
V12	PE-Wachs	FT-Paraffin		5:1

Tabelle 3: Einarbeiten von mikronisierten Wachsen in einen blauen Hybrid-Pulverlack zwecks Mattierung

Die Wachse wurden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer

- miteinander gemischt, anschließend wurde die Trockenmischung auf einem Labordoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C und 250 Upm extrudiert, gemahlen auf < 125 µm und auf Alu- bzw. Stahlblech durch eine Sprühpistole mit Coronaaufladung aufgetragen. Nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) wurden die beschichteten Bleche 24 Std. im Klimaraum gelagert und danach der Glanz (60°) gemessen.
- 5

	Wachs	Wachsanteil	Glanz (60° Winkel)
Beispiel 1	ohne Wachs	0%	96
Beispiel 2	M2	0,5%	90
Beispiel 3	V2	0,5%	92
Beispiel 4	M2	1,0%	88
Beispiel 5	V2	1,0%	90
Beispiel 6	M2	2,0%	80
Beispiel 7	V2	2,0%	83
Beispiel 8	M3	0,5%	93
Beispiel 9	V3	0,5%	96
Beispiel 10	M3	1,0%	90
Beispiel 11	V3	1,0%	94
Beispiel 12	M3	2,0%	88
Beispiel 13	V3	2,0%	91
Beispiel 14	M4	0,5%	30
Beispiel 15	V4	0,5%	35
Beispiel 16	M4	1,0%	7
Beispiel 17	V4	1,0%	10
Beispiel 18	M4	2,0%	7
Beispiel 19	V4	2,0%	8
Beispiel 20	M6	0,5%	90
Beispiel 21	V6	0,5%	94
Beispiel 22	M6	1,0%	85
Beispiel 23	V6	1,0%	90
Beispiel 24	M6	2,0%	75

Beispiel 25	V6	2,0%	78
Beispiel 26	M10	0,5%	93
Beispiel 27	V10	0,5%	96
Beispiel 28	M10	1,0%	88
Beispiel 29	V10	1,0%	92
Beispiel 30	M10	2,0%	81
Beispiel 31	V10	2,0%	87
Beispiel 32	M12	0,5%	92
Beispiel 33	V12	0,5%	95
Beispiel 34	M12	1,0%	87
Beispiel 35	V12	1,0%	92
Beispiel 36	M12	2,0%	82
Beispiel 37	V12	2,0%	87

Bei allen Beispielen 2 bis 37 weisen die erfindungsgemäßen Muster (M1 – M12) jeweils bessere Ergebnisse als die Vergleiche (V1 – V12) auf.

5

Tabelle 4: Einarbeiten von mikronisierten Wachsen in einen blauen Hybrid-Pulverlack zwecks Gleitreibung

Die Wachse wurden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer miteinander gemischt, anschließend wurde die Trockenmischung auf einem Labordoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C und 250 Upm extrudiert, gemahlen auf < 125 µm und auf Alu- bzw. Stahlblech durch eine Sprühpistole mit Coronaaufladung aufgetragen. Nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) wurden die beschichteten Bleche 24 Std. im Klimaraum gelagert und danach die Gleitreibung (nach Altek) gemessen.

15

	Wachs	Wachsanteil	Gleitreibung
Beispiel 38	ohne Wachs	0%	0,33
Beispiel 39	M3	0,5%	0,27
Beispiel 40	V3	0,5%	0,29
Beispiel 41	M3	1,0%	0,25

Beispiel 42	V3	1,0%	0,27
Beispiel 43	M3	2,0%	0,21
Beispiel 44	V3	2,0%	0,25
Beispiel 45	M4	0,5%	0,22
Beispiel 46	V4	0,5%	0,24
Beispiel 47	M4	1,0%	0,20
Beispiel 48	V4	1,0%	0,23
Beispiel 49	M4	2,0%	0,15
Beispiel 50	V4	2,0%	0,18
Beispiel 51	M11	0,5%	0,17
Beispiel 52	V11	0,5%	0,19
Beispiel 53	M11	1,0%	0,16
Beispiel 54	V11	1,0%	0,17
Beispiel 55	M11	2,0%	0,13
Beispiel 56	V11	2,0%	0,15

Bei allen Beispielen 38 bis 56 weisen die erfindungsgemäßen Muster (M3, M4, M11) jeweils bessere Ergebnisse (geringere Gleitreibung) als die Vergleiche (V3, V4, V11) auf.

5 Tabelle 5: Einarbeiten in einen weißen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Bleistifthärte

- Die Wachse wurden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer miteinander gemischt, anschließend wurde die Trockenmischung auf einem
- 10 Labordoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C bei 250 Upm extrudiert, gemahlen auf < 125 µm und auf Alu- bzw. Stahlblech durch eine Sprühpistole mit Coronaaufladung aufgetragen. Nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) wurden die beschichteten Bleche 24 Std. im Klimaraum gelagert, danach die Bleistifthärte (nach Wolff-Wilborn) bestimmt.

	Wachs, je 1% auf Gesamt- rezeptur	Bleistifthärte nach Wolff- Wilborn
Beispiel 57	ohne Wachs	2B
Beispiel 58	M2	HB
Beispiel 59	V2	B
Beispiel 60	M3	F
Beispiel 61	V3	HB
Beispiel 62	M4	F
Beispiel 63	V4	HB
Beispiel 64	M6	F
Beispiel 65	V6	B
Beispiel 66	M7	H
Beispiel 67	V7	B
Beispiel 68	M10	HB
Beispiel 69	V10	HB

Bei allen Beispielen 57 bis 69 könnte mit den erfindungsgemäßen Mustern jeweils eine höhere Bleistifthärte als mit den Vergleichen erreicht werden.

5

Tabelle 6: Einarbeiten in einen weißen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Abriebfestigkeit

- 10 Die Wachse wurden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer miteinander gemischt, anschließend wurde die Trockenmischung auf einem Labordoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C und 250 Upm extrudiert, gemahlen auf < 125 µm und auf Alu- bzw. Stahlblech durch eine Sprühpistole mit Coronaaufladung aufgetragen. Nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) wurden die beschichteten Bleche 24 Std. im Klimaraum gelagert, danach der Abriebtest am Taber Abraser bestimmt.
- 15

	Wachs, je 1% auf Gesamt- rezeptur	Abriebtest nach 200 Umdrehungen
Beispiel 70	ohne Wachs	52 mg
Beispiel 71	M2	48 mg
Beispiel 72	V2	50 mg
Beispiel 73	M3	35 mg
Beispiel 74	V3	41 mg
Beispiel 75	M4	25 mg
Beispiel 76	V4	42 mg
Beispiel 77	M6	20 mg
Beispiel 78	V6	46 mg
Beispiel 79	M7	15 mg
Beispiel 80	V7	38 mg
Beispiel 81	M10	25 mg
Beispiel 82	V10	40 mg

Bei allen Beispielen 70 bis 82 weisen die erfindungsgemäßen Muster jeweils bessere Ergebnisse (geringerer Abrieb) als die Vergleiche auf.

5

Tabelle 7: Einarbeiten in einen blauen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Dispergierhärte von Pigmenten

- 10 Die Wachse wurden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer miteinander gemischt, anschließend wurde die Mischung auf einem Labordoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C und 250 Upm extrudiert, dabei mußte die Dosiermenge auf eine Leistungsaufnahme von 70% am Extruder eingestellt werden, danach wurde hierbei der Durchsatz erfasst,
- 15 anschließen wurde auf < 125 µm gemahlen und auf Alu- bzw. Stahlblech durch eine Sprühpistole mit Coronaaufladung aufgetragen. Nach dem Einbrennen (15 min. bei 180°C) wurden die beschichteten Bleche für 24 Std. im Klimaraum gelagert und danach über die Farbtiefe die Dispergierhärte bestimmt.

	Wachs, je 1% auf Gesamt- rezeptur	Farbtiefe
Beispiel 83	ohne Wachs	100 %
Beispiel 84	M1	110 %
Beispiel 85	V1	107 %
Beispiel 86	M2	105 %
Beispiel 87	V2	100 %
Beispiel 88	M3	107 %
Beispiel 89	V3	102 %
Beispiel 90	M6	105 %
Beispiel 91	V6	100 %
Beispiel 92	M8	107 %
Beispiel 93	V8	105 %
Beispiel 94	M10	120 %
Beispiel 95	V10	112 %

Bei allen Beispielen 83 bis 95 weisen die erfindungsgemäßen Muster jeweils bessere Ergebnisse (höhere Dispergierhärte) als die Vergleiche auf.

5 Tabelle 8: Einarbeiten in einen blauen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung des Durchsatzes

- Die Wachse wurden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer miteinander gemischt, anschließend wurde die Mischung auf einem Labordoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C extrudiert, dabei mußte die Dosiermenge auf eine Leistungsaufnahme von 60% bei 250 Upm am Extruder eingestellt werden, danach wurde hierbei der Durchsatz erfasst.

10

	Wachs	Wachsanteil	Durchsatz pro Minute
Beispiel 96	ohne Wachs	0%	7500g
Beispiel 97	M2	0,5%	9000g
Beispiel 98	V2	0,5%	8600g
Beispiel 99	M2	1,0%	9200g
Beispiel 100	V2	1,0%	8700g

Beispiel 101	M2	2,0%	9500g
Beispiel 102	V2	2,0%	9000g
Beispiel 103	M4	0,5%	8500g
Beispiel 104	V4	0,5%	8200g
Beispiel 105	M4	1,0%	8700g
Beispiel 106	V4	1,0%	8400g
Beispiel 107	M4	2,0%	8800g
Beispiel 108	V4	2,0%	8400g
Beispiel 109	M10	0,5%	8000g
Beispiel 110	V10	0,5%	7500g
Beispiel 111	M10	1,0%	10100g
Beispiel 112	V10	1,0%	9500g
Beispiel 113	M10	2,0%	11000g
Beispiel 114	V10	2,0%	10700g
Beispiel 115	M12	0,5%	7600g
Beispiel 116	V12	0,5%	7500g
Beispiel 117	M12	1,0%	8500g
Beispiel 118	V12	1,0%	8500g
Beispiel 119	M12	2,0%	9000g
Beispiel 120	V12	2,0%	8500g

Bei allen Beispielen 96 bis 120 weisen die erfindungsgemäßen Muster jeweils bessere Ergebnisse (höherer Durchsatz) als die Vergleiche auf.

5 Tabelle 9: Einarbeiten in einen blauen Hybrid-Pulverlack zwecks Verbesserung der Leistungsaufnahme

- Die Wachse wurden mit den einzelnen Rohstoffen in einem Schnellmischer miteinander gemischt, anschließend wurde die Mischung auf einem
- 10 Labordoppelschneckenextruder (PC19-25 von APV) bei 110°C extrudiert, dabei wurde die Dosierung auf 3,0 eingestellt und anschließend die Leistungsaufnahme gemessen.

	Wachs	Wachsanteil	Leistungsaufnahme
Beispiel 121	ohne Wachs	0%	69%
Beispiel 122	M2	0,5%	61%
Beispiel 123	V2	0,5%	62%
Beispiel 124	M2	1,0%	60%
Beispiel 125	V2	1,0%	62%
Beispiel 126	M2	2,0%	57%
Beispiel 127	V2	2,0%	61%
Beispiel 128	M4	0,5%	65%
Beispiel 129	V4	0,5%	67%
Beispiel 130	M4	1,0%	62%
Beispiel 131	V4	1,0%	64%
Beispiel 132	M4	2,0%	59%
Beispiel 133	V4	2,0%	62%
Beispiel 134	M10	0,5%	59%
Beispiel 135	V10	0,5%	63%
Beispiel 136	M10	1,0%	54%
Beispiel 137	V10	1,0%	60%
Beispiel 138	M10	2,0%	51%
Beispiel 139	V10	2,0%	54%
Beispiel 140	M11	0,5%	60%
Beispiel 141	V11	0,5%	63%
Beispiel 142	M11	1,0%	56%
Beispiel 143	V11	1,0%	61%
Beispiel 144	M11	2,0%	54%
Beispiel 145	V11	2,0%	57%
Beispiel 146	M12	0,5%	60%
Beispiel 147	V12	0,5%	66%
Beispiel 148	M12	1,0%	59%
Beispiel 149	V12	1,0%	63%
Beispiel 150	M12	2,0%	58%
Beispiel 151	V12	2,0%	60%

Patentansprüche

2002DE107

1. Verwendung von mittels Metallocenkatalysatoren synthetisierten Polyolefinwachsen als Additiv in Pulverlacken.
- 5
2. Verwendung gemäß Anspruch 1, worin das Polyolefinwachs aus Olefinen mit 3 bis 6 C-Atomen oder aus Styrol abgeleitet ist.
 3. Verwendung gemäß Anspruch 1 und/oder 2, worin das Polyolefinwachs einen
- 10
- Tropfpunkt von 70 bis 165°C, eine Schmelzviskosität bei 140°C von 10 bis 10000 mPa·s und eine Dichte von 0,85 bis 0,98 g/cm³ aufweist.
- 15
4. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, worin die Polyolefinwachse polar modifiziert sind.
- 20
5. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, worin die Polyolefinwachse in Abmischung mit einem oder mehreren Hilfs- und Zusatzstoffen, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus
- a) Polyethylenglykol
 - b) PE-Wachse,
 - c) PTFE-Wachse,
 - d) PP-Wachse,
 - e) Amidwachse,
 - f) FT-Paraffine,
 - 25 g) Montanwachse,
 - h) natürliche Wachse,
 - i) makro- und mikrokristalline Paraffine,
 - j) polare Polyolefinwachse, oder
 - k) Sorbitanester
- 30
- l) Polyamide,
 - m) Polyolefine,
 - n) PTFE,
 - o) Netzmittel,
 - p) Silikate.

im Gewichtsverhältnis Polyolefinwachs:Hilfs- und Zusatzstoff 1:50 bis 50:1 (in Gew.-%) vorliegen.

5

6. Verwendung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, worin Polyolefinwachs und gegebenenfalls die zugemischten Hilfs- und Zusatzstoffe als Ultra-Feinstpulver mit einer Partikelgrößenverteilung $d_{90} < 40 \mu\text{m}$ vorliegen.

10 7. Verfahren zur Herstellung von Pulverlacken aus Bindemitteln, Pigmenten und Füllstoffen sowie üblichen Hilfsmitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Additiv gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6 zusetzt.

Zusammenfassung

- Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von mittels
- 5 Metallocenkatalysatoren synthetisierten Polyolefinwachsen als Additiv in
Pulverlacken sowie ein Verfahren zur Erzeugung von pigmentierten Pulverlacken.